

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

PAT-NO: JP403089505A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 03089505 A

TITLE: MANUFACTURE OF MAGNETIC ALLOY

PUBN-DATE: April 15, 1991

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

WATANABE, YASUSHI

INT-CL (IPC): H01F041/18, C23C014/14, G11B005/842

US-CL-CURRENT: 148/300, 427/255.24, 428/900

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a magnetic alloy having high saturation magnetic flux density and low coercive force by specifying the volume ratio of nitrogen gas and the volume ratio of oxygen gas in a mixed gas.

CONSTITUTION: Adhesion onto a substrate 11 of the impurity on the surface of a target 5 is prevented by closing a shutter 10 and covering the substrate 11 for several min after the starting of sputtering, and the shutter 10 is opened. An Fe-N-O alloy or an Fe-M-N-O alloy (M represents a metal or a semimetal except iron) at a desired element composition ratio is obtained. Accordingly, the volume ratio of nitrogen gas in a mixed gas is brought to 2-30% and the volume ratio of oxygen gas to 2-30% in the Fe-N-O alloy is acquired, thus obtaining a magnetic alloy having high saturation magnetic flux density of 10kG or more and small coercive force.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報 (A) 平3-89505

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>  
 H 01 F 41/18  
 C 23 C 14/14  
 G 11 B 5/842

識別記号 庁内整理番号  
 A 9057-5E  
 8722-4K  
 7177-5D

⑭ 公開 平成3年(1991)4月15日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全6頁)

⑮ 発明の名称 磁性合金の製造方法

⑯ 特 願 平1-226159

⑰ 出 願 平1(1989)8月31日

⑱ 発 明 者 渡 辺 恒 志 神奈川県横浜市神奈川区守屋町3丁目12番地 日本ピクタ  
一株式会社内

⑲ 出 願 人 日本ピクター株式会社 神奈川県横浜市神奈川区守屋町3丁目12番地

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

磁性合金の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 鉄、または鉄を主成分として鉄以外の金属または半金属の少なくとも1種類以上の元素を鉄中に含有させた合金を、不活性ガスと窒素と酸素の混合ガス雰囲気中でスパッタリング法により基板上に堆積させるに際し、前記混合ガス中の窒素ガスの体積比xを2~30%、酸素ガスの体積比yを2~30%にしたことを特徴とする磁性合金の製造方法。ただし不活性ガス体積比+x+y=100である。

(2) 鉄、または鉄を主成分として鉄以外の金属または半金属の少なくとも1種類以上の元素を鉄中に含有させた合金を、スパッタリング法によって基板上に堆積させるに際し、不活性ガスと窒素と酸素の混合ガスのイオンまたは窒素と酸素の混合ガスのイオンを前記基板上に照射しながら行うようにしたことを特徴とする磁性合金の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## (産業上の利用分野)

本発明は、高密度磁気記録用の磁気ヘッドに関する磁性合金の製造方法に関するもの。

## (従来の技術)

近年、磁気記録の高密度化や広帯域化の必要性が高まり、磁気記録媒体に高い坑磁力(Hc)を有する磁性材料を使用して記録トラック幅を狭くすることにより、高密度磁気記録再生を実現している。そして、この高い坑磁力をもつ磁気記録媒体に記録再生するための磁気ヘッド材料として、飽和磁束密度Bsの高い磁性合金が必要とされており、センドスト合金やCo-Zr系非晶質合金等をコアの一部または全部に使用した磁気ヘッドが提案されている。

しかしながら、これらの合金のBsは10kG程度かせいはそれ以下であり、磁気記録媒体の抗磁力が20000e以上になるとセンドスト合金やCo-Zr系非晶質合金を使用した磁気ヘッドでは良好な磁気記録再生が困難になった。また、

磁気記録媒体の長手方向ではなく、厚さ方向に磁化して記録する垂直磁化記録方式も提案されているがこの垂直磁化記録方式を良好に行うには、磁気ヘッドの主磁極先端部の厚さを0.5μm以下にする必要があり、比較的抗磁力の低い磁気記録媒体に記録するにも、高い飽和磁束密度をもつ磁気ヘッド用磁性合金が必要になる。

そして、センダスト合金やCo-Zr系非晶質合金よりも飽和磁束密度の高い磁性合金として、窒化鉄やFe-Si系合金等の鉄を主成分とした磁性合金が知られている。

#### (発明が解決しようとする課題)

ところが、従来より知られている、これらの高Bs磁性合金は保磁力Hcが大きく、そのままで磁気ヘッドの材料としては不十分であるのでセンダスト合金やパーマロイ等の保持力の小さい磁性材料か、或いはSiO<sub>2</sub>等の非磁性材料を中心層とした多層構造の磁気ヘッドが提案されている。

しかしながら、この様に異なる系の物質を多層化するには工数やコストがかかり、信頼性を保つ

さらに、鉄、または鉄を主成分として鉄以外の金属または半金属の少なくとも1種類以上の元素を鉄中に含有させた合金を、スパッタリング法によって基板上に堆積させるに際し、不活性ガスと窒素と酸素の混合ガスのイオンまたは窒素と酸素の混合ガスのイオンを前記基板上に照射しながら行うようにした磁性合金の製造方法を提供するものである。

#### (実施例)

本発明の磁性合金の製造方法の一実施例を第1図に示す。

一对のターゲット5、5は鉄、または鉄に他の金属または半金属を含有させた合金である。このターゲット5、5はターゲットホルダ9によって支えられており、このターゲット5とターゲットホルダ9には、直流電源13よりマイナス電位が印加され、さらにこのターゲットホルダ9の周囲にはシールド4が取り付けてある。

また、このターゲットホルダ9の内部には、両ターゲット5、5間にプラズマ14を集束するた

のも難しいという問題点があった。

これらの問題点を解決するために、本発明人等はFe-N-O合金やFe-Ta-N-O合金等によって、多層構造にしない単層でも高飽和磁束密度を有しさるに低保磁力である磁性合金を提案した。(特願昭63-207136、特願昭64-35071など)。本発明は、このような磁気特性の優れた磁性合金を得るために適した磁性合金の製造方法を提供することを目的とする。

#### (課題を解決するための手段)

本発明は上記の課題を解決するために、

鉄、または鉄を主成分として鉄以外の金属または半金属の少なくとも1種類以上の元素を鉄中に含有させた合金を、不活性ガスと窒素と酸素の混合ガス雰囲気中でスパッタリング法により基板上に堆積するに際し、前記混合ガス中の窒素ガスの体積比xを2~30%、酸素ガスの体積比yを2~30%にした磁性合金の製造方法(ただし、不活性ガス体積比+x+y=100である)を提供すると共に、

めの磁石6、6が挿入され、かつターゲット5の表面の加熱を防ぐために冷却水8が流入している。

そして、接地された真空槽15の左右に、2個のターゲットホルダ9が絶縁体7によって絶縁されて設けられている。

また、この真空槽15の上部より、酸素(O<sub>2</sub>)、窒素(N<sub>2</sub>)、アルゴン(Ar)がそれぞれ流量計1~3により所定の流量に調節されて導入されている。なお、アルゴンはターゲット5をスパッタすると同時に、成長する磁性合金膜中の酸素と窒素の量を調節するためのものである。

そして、真空槽15の下部には、基板ホルダー12上に基板11がおかれ、不純物を防ぐためのシャッター10が基板11を覆っている。

このようなスパッタ装置において、直流電源13により、左右のターゲットホルダー9に支えられたターゲット5、5間にプラズマ14を発生させると、ターゲット5はマイナス電位であるので、プラズマ14中のアルゴンイオン(Ar<sup>+</sup>)がターゲット5に衝突し、ターゲット5の鉄原子また

は鉄原子と他の金属・半金属原子が飛び出す。

そして、ターゲット5から飛び出したこれらの原子とプラズマ中の酸素及び窒素の原子または分子が基板11の上に成長していく。

なお、スパッタ開始後の数分間は、シャッター10を閉じて基板11を覆うことにより、ターゲット5の表面の不純物が基板11の上に付かないようにし、その後でシャッター10を開けるようする。そして、流量計1~3にて酸素、窒素、アルゴンの導入量を調節することにより、所望の元素組成比のFe-N-O合金またはFe-M-N-O合金(Mは鉄以外の金属または半金属)を得ることができる。

このようにして得られるFe-N-O合金において、第7図に示すように混合ガス中の窒素体積比xが2%未満であると十分な低保持力(Hc)が得られず、また酸素体積比yが2%未満であっても十分な低Hcは得られない。次に第3図に示すように酸素体積比yを2%とした場合、窒素体積比が30%以下であれば、飽和磁束密度Bsが

10kG以上の磁性合金を得ることができる。また、第4図に示すように窒素体積比xを2%とした場合、酸素体積比が30%以下であれば飽和磁束密度Bsが10kG以上の磁性合金を得ることができる。また、Fe-M-N-O合金においてMが少量であれば第3図及び第4図と略同様の結果が得られる。このように、鉄、または鉄を主成分として金属または半金属の少なくとも1種類以上の元素を鉄中に含有させた合金を、不活性ガスと窒素と酸素の混合ガス雰囲気中でスパッタリングを行って、Fe-N-O合金またはFe-M-N-O合金を基板上に成長する磁性合金の製造方法において、混合ガス中の窒素ガスの体積比を2~30%、酸素ガスの体積比を2~30%にすることにより、10kG以上の高Bsを持ち保持力の小さい磁性合金を得ることができることがわかる。

本発明の磁性合金の製造方法の他の例を第2図に示す。

17はターゲットスパッタ用のイオンガンaで

あり、このイオンガンaからアルゴン等の不活性ガスのイオンビームがターゲット16に照射し、ターゲット16の鉄、または鉄と他の金属或いは半金属の原子が飛び出して基板ホルダー19上の基板20に堆積する。また、18は基板照射用のイオンガンbであり、このイオンガンbからアルゴン等の不活性ガスと窒素および酸素のイオンビームが直接基板を照射している。このようにして、基板上にFe-N-O合金膜またはFe-M-N-O合金膜が堆積する。第5図はFe-N-O合金において酸素体積比y1を10%にした時の窒素体積比x1とBsの関係を示した図である。この図から窒素体積比x1を90%にしてもBsは10kG以上であり、さらにx1を100%の部分に延長してもBsは10kG以上である。第6図はFe-N-O合金において窒素体積比x1を10%にした時の酸素体積比y1とBsの関係を示した図である。酸素体積比y1を90%にしてもBsは10kG以上であり、さらにy1を100%の部分に延長してもBsは10kG以上の高

Bsであり、非常に広範囲の条件である高Bsの磁性合金が得られるので制御しやすく製造が容易になる。また、Fe-M-N-O合金でもMが少量であれば、第5図、第6図と略同様の結果が得られる。従って、鉄、または、鉄を主成分として金属または半金属の少なくとも1種類以上の元素を含有させた合金を、スパッタリング法によって基板上に堆積させる際に、不活性ガスと窒素と酸素の混合ガスのイオンまたは窒素と酸素の混合ガスのイオンを前記基板上に照射することにより、飽和磁束密度Bsが非常に高いFe-N-O合金膜またはFe-M-N-O合金膜を得ることができることがわかる。なお、基板照射を不活性ガスのイオンだけで行った場合に、低Hcが得られないことを、本発明人は実験で確認している。

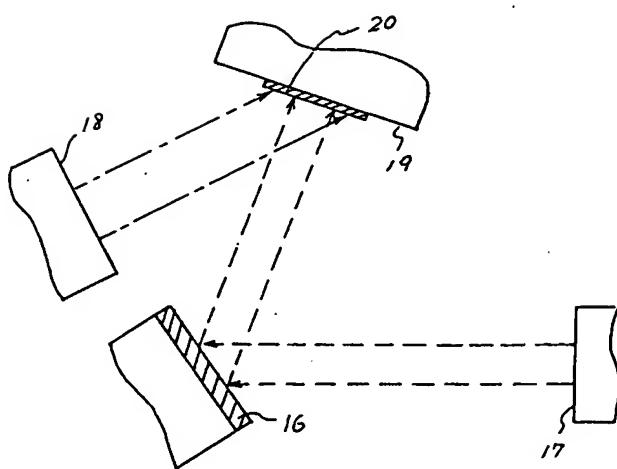
#### (発明の効果)

以上詳述したように、本発明になる製造方法を用いれば飽和磁束密度Bsが10kG以上と非常に高い磁性合金を製造することができ、この磁性合金を例えば薄膜磁気ヘッドに適用することによ

り高密度な磁気記録再生が実現できる特長がある。

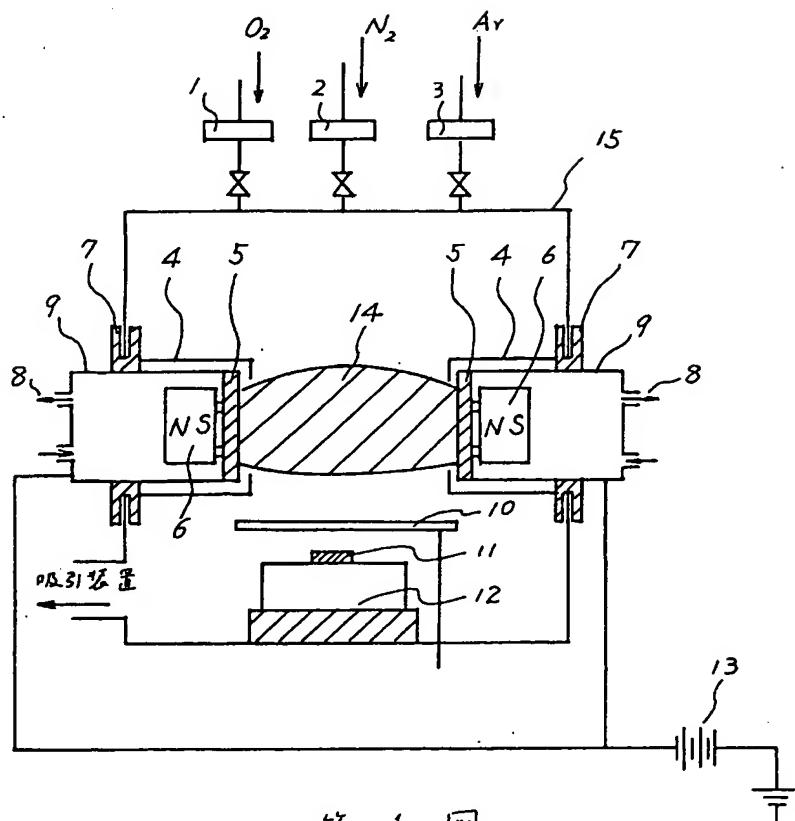
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の第1の製造方法に用いられるスパッタ装置の概略図、第2図は第2の製造方法に用いられるイオンビームスパッタ装置の模式図、第3図は第1図の製造方法において、酸素体積比 $y$ を2%とした時の窒素体積比 $x$ と飽和磁束密度 $B_s$ の関係を示した図、第4図は、第1の製造方法において、窒素体積比 $x$ を2%とした時の酸素体積比 $y$ と飽和磁束密度 $B_s$ の関係を示した図、第5図は第2の製造方法において酸素体積比 $y_1$ を10%とした時の窒素体積比 $x_1$ と飽和磁束密度 $B_s$ の関係を示した図、第6図は第2の製造方法において、窒素体積比 $x_1$ を10%とした時の酸素体積比 $y_1$ と飽和磁束密度 $B_s$ の関係を記した図、第7図は混合ガス中の窒素体積比および酸素体積比と保磁力との関係を示す図である。

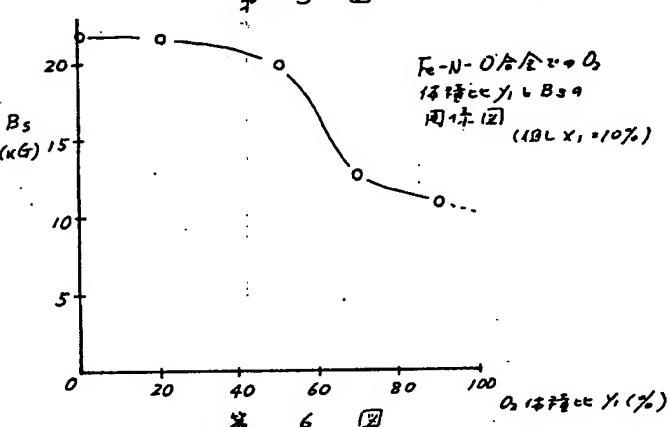
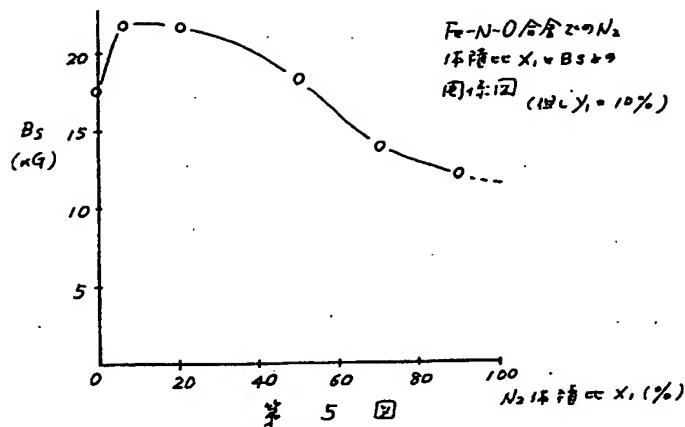
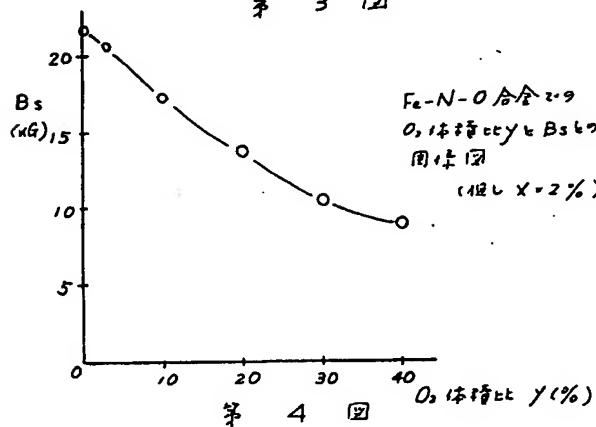
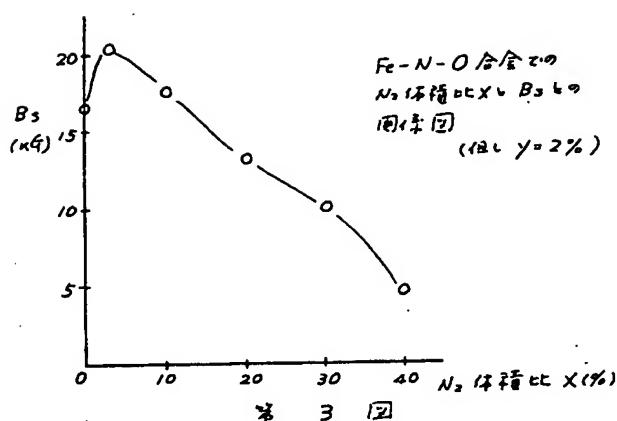


第2図

特許出願人 日本ピクター株式会社  
代表者 堀木邦夫



第1図



手続補正書



平成元年11月14日

特許庁長官 殿

N <sub>2</sub> 体積比X (%)	O <sub>2</sub> 体積比Y (%)	Hc (Oe)
1.5	5.0	2.2
2.0	5.0	1.0
5.0	1.5	1.5
5.0	2.0	1.0

第7図

## 1. 事件の表示

平成1年特許願第226159号

## 2. 発明の名称

磁性合金の製造方法

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 神奈川県横浜市神奈川区守屋町3丁目12番地

名称 (432) 日本ピクター株式会社

代表者 堀木 邦夫



## 4. 補正命令の日付

自発補正

## 5. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄



6. 指正の内容

(1) 明細書第10頁第1行の「ある」を削除する。